

68930 E/33                      J04 M21 V05 P51                      SUWA 26.12.80 SUWA SEIKOSHA KK                      *J5 7109-242 26.12.80-JP-186784 (07.07.82) 601d-39/10 821c-37 C23f-01 H01j-37/20 Thin porous film used for holding samples in electron microscope - formed from alloy of noble and non-noble metal e.g. gold and cobalt	J(4-51) M(14-A, 21-A)
26.12.80 as 156784 (SEPW) A thin film is formed of alloy of noble metal and non-noble metal. The non-noble metal is precipitated in the thin film and dissolved by chemical treatment to form thin porous film. The thin porous film is used as a sample holder for transmission electron microscope, and has high electric conductivity and a pore diameter of less than one micron. In an example 80 wt.% Au and 20 wt.% Co were mixed and melted in an Ar atmos. to produce an ingot of a Au-Co alloy. The ingot was subjected to soln. heat treatment at 1000 deg.C for 24 hrs. and ageing at 500 deg.C for 8 hours. By this heat treatment, Co was precipitated in Au mother phase. The ingot was rolled into a foil of 1 micron thickness. The foil is immersed in an acid soln. to dissolve Co precipitates. A thin porous Au film was obtd. having a pore dia. of 1 micron. (2pp)	054

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-109242

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>

H 01 J 37/20

B 01 D 39/10

B 21 C 37/00

C 23 F 1/00

識別記号

庁内整理番号

7129-5C

6939-4D

6778-4E

6793-4K

⑬ 公開 昭和57年(1982)7月7日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 2 頁)

⑭ 多孔質薄膜

① 特 願 昭55-186784

② 出 願 昭55(1980)12月26日

③ 発 明 者 林賢次郎

諏訪市大和3丁目3番5号株式

会社諏訪精工舎内

④ 出 願 人 株式会社諏訪精工舎

東京都中央区銀座4丁目3番4号

⑤ 代 理 人 弁理士 最上務

明 細 書

1. 発明の名称 多孔質薄膜

2. 特許請求の範囲

貴金属と非貴金属とからなる合金から、非貴金属を析出させ、析出した非貴金属を化学処理により溶解させて作成することを特徴とする多孔質薄膜。

3. 発明の詳細な説明

この発明は数 $\times 10^{-2}$ から数 $\mu$ の径をもつ小さな孔を多数有し、しかも非常に電導性の良い薄膜を提供することにある。さらにこの発明による多孔質薄膜は、透過型電子顕微鏡による薄膜観察用の薄膜試料の支持台を容易に提供することかできる。

従来から透過型電子顕微鏡における薄膜支持台に用いられているのは銅のメッシュ板である。この銅メッシュ板の穴径は小さなものでも数 $10\mu$ の大きさであり、電子ビームにより薄膜が破損しやすくなり、導電性の悪い試料の場合は試料に電

荷が残りやすく、チャージアップ現象を起こす原因となつて、高倍率、高分解能の像観察を困難にする。

従つて、透過型電子顕微鏡用の試料支持台としては、できるだけ径の小さな孔が沢山あり、しかも導電性の優れた構造をもつことが要求される。

この発明による多孔質薄膜を支持台として利用すれば穴径は $1\mu$ 以下となり、導電性もよいことから前述したトラブルがなくなり、薄膜の超高分解能による像観察が可能となる。

製造方法の1例を述べる。

金80多-コバルト20多(重量パーセント)をそれぞれ秤量し、アルゴン雰囲気中で溶解し合金を作成する。この合金を $1000^{\circ}\text{C}$ で24時間溶体化処理を行ない、さらに $500^{\circ}\text{C}$ で8時間時効処理を行なう。この時、金母相の中でコバルトが析出する。このように熱処理により金とコバルトの2相に分離したインゴットを金の延展性を利用して圧延を行ない $1\mu$ 前後の厚みの箔を得る。この箔を適当な節に浸すと箔中の析出物である

コバルトが溶出し、 $1\mu$ 前後の孔が多数あいた金の薄膜を得ることができる。実用的にはコバルト以外に鉄、ニッケル等の金属と金の組み合わせが可能である。又、時効熱処理温度及び時間を変えることにより、析出物の大きさをコントロールすることが可能である。さらには、非貴金属の濃度を変えても穴の数、大きさを制御することができ、溶解可能な濃度範囲でこのような薄膜を作成することが可能である。

このようにして得られた多孔質の金の薄膜は、電導性をいつまでも失なわず、薄膜観察用の支持台としては最適である。又、貴金属であるため、一度使用されても、観察試料のみを適当な化学薬品で溶解させれば、再使用が可能であり、従つて兼価な支持膜といえる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図に、この発明による多孔質薄膜の使用例を示す。 $\phi 1$ mmの線材でリング1を作り、スポット溶接により本発明による多孔質薄膜2を固定

する。再生使用を目的にリング1も金線を使用した。観察すべき薄膜試料3の多孔質薄膜2の上に載せて、透過型電子顕微鏡へセットし、像観察を行なつた。

第2図には支持台の断面図を示す。電子ビーム4は試料3及び支持膜2の孔を通り抜けて結像する。

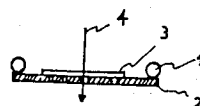
以 上

出願人 株式会社 諒 訪 精 工 舎

代理人 弁 理 士 最 上



第 1 図



第 2 図